

## BREVET D'INVENTION

Gr. 14. — Cl. 1.

C 07 c



1.103.113

**Triméthylol-alcanes et leur procédé de préparation.** (Invention : Wilhelm HENSINGER.)

ÉTAT FRANÇAIS REPRÉSENTÉ PAR M. LE MINISTRE DE LA DÉFENSE NATIONALE ET DES FORCES ARMÉES (DIRECTION DES POUDRES) résidant en France (Seine).

Demandé le 15 avril 1954, à 16<sup>h</sup> 2<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré le 18 mai 1955. — Publié le 31 octobre 1955.

(Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'article 11, § 7, de la loi du 5 juillet 1844 modifiée par la loi du 7 avril 1902.)

La présente invention a pour but la préparation de triméthylol-alcanes, et notamment du triméthylol-propane.

On sait depuis longtemps que l'on peut préparer le pentaérythritol par condensation du formol avec l'acétaldéhyde en milieu basique.

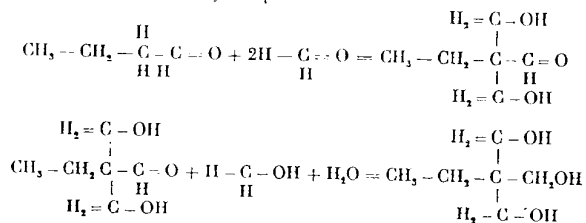
La présente invention consiste, pour la préparation des corps ci-dessus indiqués, à réaliser des réactions analogues mais à partir d'autres aldéhydes que l'acétaldéhyde, de façon à préparer des composés renfermant trois groupements méthylols fixés sur un même carbone, la quatrième valence de ce dernier étant saturée par un radical provenant d'un hydrocarbure saturé.

En particulier, en utilisant comme aldéhyde de base, au lieu de l'acétaldéhyde, de l'aldéhyde

butyrique normal, on aboutit, conformément à l'invention, au triméthylol-propane.

Dans ce cas, les deux atomes d'hydrogène portés par le carbone voisin du groupement fonctionnel réagissent chacun avec une molécule de formol pour donner deux radicaux méthylols, tandis que le groupement aldéhydique se combine avec une troisième molécule de formol, pour constituer un autre groupement méthylol, conformément au mécanisme classique d'une réaction de Cannizzaro. Il y a, en même temps, mise en liberté d'acide formique, immédiatement neutralisé par la base en présence de laquelle on opère.

L'ensemble des transformations peut être schématisé comme suit :



Dans la pratique on pourra opérer en faisant réagir une molécule d'aldéhyde butyrique normal sur trois molécules de formol, en présence de chaux, à une température voisine de 60 °C, et sous la pression ordinaire.

Les rendements sont voisins de 66 %. Pour faire par exemple, 100 kg de triméthylol-propane au cours d'une certaine opération, on a consommé : 101,7 kg de formol et

81,3 kg d'aldéhyde butyrique.

Après purification, le triméthylol-propane se présente sous la forme d'un solide assez dur, ayant l'aspect d'une paraffine technique d'un blanc grisâtre.

Son point de fusion est de 53 °C, et il distille à 194 °C sous 2 mm de pression. Ce corps absorbe très rapidement la vapeur d'eau atmosphérique, et se liquéfie superficiellement au contact de l'air.

Par distillation sous vide, il est relativement facile de séparer le triméthylol-propane de son dimère, lequel est analogue au dipentaérythritol; l'opération est plus commode que pour le pentaérythritol car, au cours de cette distillation, ou plus exactement de cette concentration, les produits supérieurs de condensation, analogues à des sucres, sont entièrement détruits par carbonisation.

Il en résulte que l'on peut faire varier facilement

la qualité industrielle des triméthylol-propanes, car, en agissant sur la quantité de chaleur fournie pour la concentration sous vide, on réalise automatiquement une purification plus ou moins poussée.

Le degré de pureté d'un triméthylol-propane peut être apprécié assez exactement au cours d'un essai de nitration. Avec un produit pur, le nitrate a un point de fusion de 51,6 °, une densité de 1,48 et le rendement atteint 91,5 %.

Un produit moins pur donne, en plus, une certaine quantité de dérivé nitré du dimère, sous la forme d'un liquide huileux, ayant l'aspect de la nitro-glycérine.

On pourra apporter, bien entendu, de nombreuses modifications sans sortir du domaine de l'invention, en particulier on pourra remplacer l'aldéhyde butyrique par d'autres homologues de l'acétaldéhyde.

#### RÉSUMÉ

1° Procédé de préparation de triméthylol-alcanes, et notamment du triméthylol-propane, consistant à faire réagir du formol avec un homologue supérieur de l'acétaldéhyde et notamment de l'aldéhyde butyrique normal;

2° Modes de réalisation particuliers de ce procédé applicables à la préparation de différentes qualités de triméthylol techniques, dans lesquels un plus ou moins grand degré de pureté est déterminé par la façon dont est conduite la concentration finale, laquelle s'accompagne d'une destruction des sucres, d'autant plus complète que la durée de la carbonisation est plus longue.

ÉTAT FRANÇAIS REPRÉSENTÉ PAR M. LE MINISTRE DE LA  
DÉFENSE NATIONALE ET DES FORCES ARMÉES  
(DIRECTION DES POUDRES).

Par procuration :  
A. CHARMEIL.